






**PROCESS FOR THE DYEING AND PRINTING OF SYNTHETIC POLYAMIDES**

**Patent number:** DE2446989  
**Publication date:** 1976-04-15  
**Inventor:** OTTEN, JOACHIM DIPL CHEM DR; TROESTER  
HELMUT DIPL CHEM-DR  
**Applicant:** HOECHST AG  
**Classification:**  
- international: (IPC1-7): D06P3/24; C09B57/00  
- european: C09B57/14; D06P3/24A  
**Application number:** DE19742446989 19741002  
**Priority number(s):** DE19742446989 19741002

**Also published as:**

 US4046501 (A1)  
 JP51060791 (A)  
 GB1518854 (A)  
 FR2286914 (A1)  
 CH610701 (A3)

more &gt;&gt;

**Report a data error here**

Abstract not available for DE2446989

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

① BUNDESREPUBLIK

②

Patentschrift

⑤

Int. Cl. 3:

DEUTSCHLAND

DE 24 46 989

C 3

D 06 P 1/40

DEUTSCHES  
PATENTAMT

- ① Aktenzeichen:  
② Anmeldetag:  
③ Offenlegungstag:  
④ Bekanntmachungstag:  
⑤ Veröffentlichungstag:

P 24 46 989.4-43  
2. 10. 74  
15. 4. 76  
6. 11. 80  
10. 9. 81

⑦ Patentinhaber:

Hoechst AG, 6000 Frankfurt, DE

⑧ Erfinder:

Otten, Joachim, Dipl.-Chem. Dr., 6050 Offenbach, DE;  
Tröster, Helmut, Dipl.-Chem. Dr., 6241 Schneidhain, DE

⑨ Entgegenhaltungen:

DE-OS	21 50 879
DE-OS	21 32 963
DE-OS	20 17 764
DE-OS	17 94 381

⑩ Verfahren zum Färben und Bedrucken von synthetischen Polyamiden

DE 24 46 989 C 3

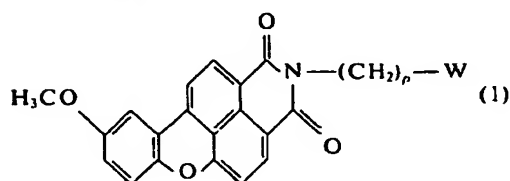
DE 24 46 989 C 3

24 46 989

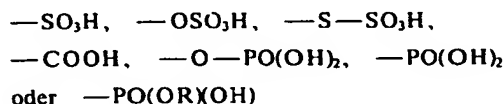
1

## Patentanspruch:

Verfahren zum Färben und Bedrucken von Fasermaterialien aus synthetischen Polyamiden, dadurch gekennzeichnet, daß man Farbstoffe der allgemeinen Formel (1)

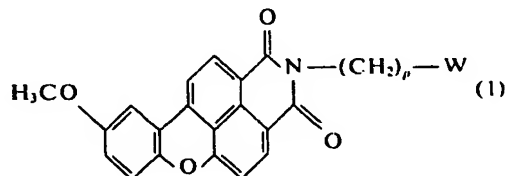


worin  $p$  für eine Zahl von 1 bis 6 steht und  $W$  eine wasserlöslichmachende Gruppe der Formel



bedeutet, wobei  $R$  ein Alkylrest von 1 bis 4 C-Atomen ist, verwendet.

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zum Färben und Bedrucken von Fasermaterialien aus synthetischen Polyamiden unter Verwendung von 10-Methoxy-benzoxanthren-3,4-dicarbonsäureimid-Farbstoffen der allgemeinen Formel (1)



worin  $p$  für eine ganze Zahl von 1 bis 6 steht und  $W$  als wasserlöslichmachende Gruppe die Sulfogruppe, die Sulfatogruppe ( $-\text{OSO}_3\text{H}$ ), die Thiosulfatogruppe ( $-\text{S}-\text{SO}_3\text{H}$ ), die Carboxylgruppe, die Phosphatogruppe ( $-\text{OPO}_3\text{H}_2$ ), die Phosphonsäuregruppe ( $-\text{PO}(\text{OH})_2$ ) oder die Phosphonsäure-halbesther-Gruppe der Formel



in welcher  $R$  ein Alkylrest von 1 bis 5 C-Atomen, bevorzugt der Methyl- oder Äthylrest ist, bedeutet.

Es wurde nämlich gefunden, daß die Farbstoffe der angegebenen Formel (1) sich in hervorragender Weise zum Färben und Bedrucken von Textilmaterialien aus synthetischen Polyamiden, wie bspw. Polyamid-6, Polyamid-6,6 und Polyamid-11, eignen.

Die mit ihnen erhaltenen Färbungen und Drucke zeichnen sich durch hohe Brillanz und sehr gute Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie Licht-, Wasch-, Säure-, Wasser-, Reib-, Bügel-, Alkali- und Schweißechtheit, aus. Daneben ist der sehr gute Aufbau, die außergewöhnlich hohe Farbstärke und das sehr gute Ziehvermögen dieser Farbstoffe der Formel (1) zu den

2

genannten Fasermaterialien zu erwähnen, und sie färben Materialien aus texturierten Polyamidfasern, welche Verstreckungsunterschiede aufweisen, im allgemeinen gleichmäßig an.

Weiterhin liefern die Farbstoffe der Formel (1) in Mischung mit geeigneten Blaumarken hochbrillante Grünfärbungen mit einer für solche Mischungen bisher nicht bekannten Licht- und Naßechtheit.

Die Färbungen werden in an sich bekannter Weise unter Verwendung schwach alkalischer, neutraler oder saurer, vorzugsweise schwach saurer Färbeflotten und Druckpasten in einem pH-Bereich von 8 bis 1, vorzugsweise 7 bis 3, durchgeführt.

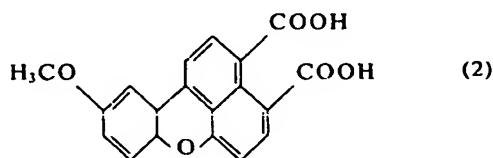
Die erfindungsgemäße Herstellung von Färbungen nach dem Ausziehverfahren wird vorzugsweise so ausgeführt, daß bei niedrigen Temperaturen und in neutraler oder schwach alkalischer Flotte begonnen wird. Während des Färbevorganges wird die Temperatur erhöht und der pH-Wert erniedrigt, indem organische und/oder anorganische Säuren, wie Essigsäure, Ameisensäure oder Schwefelsäure, und/oder saure Salze, wie beispielsweise Ammonsulfat, zugesetzt werden, so daß das Aufziehen und Fixieren der Farbstoffe bei Temperaturen zwischen 0 und 130°C und pH-Werten von 4 bis 6 erfolgt. Die Färbezeit liegt in der Regel bei 30 bis 90 Minuten, vorzugsweise bei etwa 60 Minuten. Die Farbstoffe werden in Mengen von 0,1 bis 3%, vorzugsweise von 0,2 bis 1%, bezogen auf das Gewicht des zu färbenden Materials, eingesetzt.

Das Färben und Bedrucken mit Hilfe von Klotzflotten bzw. Druckpasten geschieht nach den üblichen und bekannten Verfahren. Die Druckpasten können nach den verschiedensten üblichen Verfahren, wie beispielsweise nach dem Rouleauxdruck, Blockdruck, Filmdruck oder durch Aufsprühen, auf das Polyamidmaterial aufgebracht werden. Nach dem Drucken wird getrocknet, und die Farbstoffe werden durch eine Behandlung mit Heißluft bei Temperaturen zwischen 150 bis 230°C, vorzugsweise zwischen 180 und 215°C, während 1/2 bis 5 Minuten oder durch einen Dampfprozeß mit überhitztem, gespanntem Wasserdampf bei Temperaturen von 120 bis 180°C auf der Faser fixiert. Ebenso kann eine Fixierung mit Sattdampf von 100 bis 103°C während 10 bis 30 Minuten vorgenommen werden.

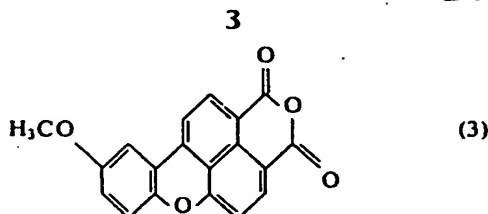
Bei Verwendung von Klotzflotten wird der Farbstoff auf dem behandelten Material, nach dem Klotzen und Abquetschen des geklotzten Materials, und ggf. Zwischentrocknen unter den gleichen Bedingungen, wie für den Druck angegeben, fixiert.

Zur Einstellung eines pH-Bereiches von 7 bis 3, werden den Klotzflotten und Druckpasten, die einen Farbstoff der Formel (1) enthalten, die oben erwähnten Säuren und/oder sauren Salze zugesetzt. Als Färberei- und Druckereihilfsmittel können die üblichen faseraffinen und farbstoffaffinen Hilfsmittel verwendet werden.

Die erfindungsgemäß zum Färben und Bedrucken von synthetischen Polyamidfasermaterialien verwendeten Farbstoffe der Formel (1) lassen sich durch Umsetzung von 10-Methoxybenzoxanthren-3,4-dicarbonsäure(2) oder deren Anhydrid(3)



24 46 989

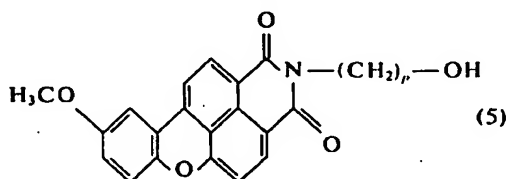


mit einem Amin der allgemeinen Formel (4)



worin  $p$  und  $W$  die obengenannten Bedeutungen haben, unter Imidbildung herstellen.

Die Schwefelsäure- und Phosphorsäureester-Farbstoffe der allgemeinen Formel (1) lassen sich außerdem herstellen, indem man das 10-Methoxybenzoxanthren-3,4-dicarbonsäureimid der allgemeinen Formel (5)

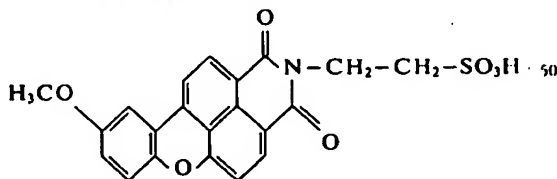


durch Behandlung mit beispielsweise Schwefelsäure oder Polyphosphorsäure in die entsprechenden Ester überführt.

Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die in Teilen angegebenen Mengen sind Gewichtsteile.

#### Beispiel 1

In 3000 Teilen Wasser werden 2 Teile eines Egalisierungsmittels auf Basis von polyoxäthyliertem Stearylamin und 0,5 Teile eines Egalisierungsmittels auf Basis eines tertiären Kondensationsproduktes von Cyanurchlorid mit Anilin-3-sulfonsäure, 2 Teile Ammonacetat und 1 Teil 60%iger Essigsäure gegeben. In diesem Bade werden 100 Teile einer Polyamid-6,6-Kettwirkware 20 Minuten bei 30°C vorbehandelt. Dann werden 0,5 Teile des in Wasser gelösten Farbstoffs der Formel



in Form des Natriumsalzes zugesetzt. Das Färbbad wird innerhalb von 60 bis 90 Minuten auf 98°C erhitzt und 60 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend wird wie üblich gespült und getrocknet.

Die entstandene, grünstichig gelbe Färbung zeichnet sich durch hohe Brillanz und sehr guten Gebrauchseigenschaften aus, wobei insbesondere die Lichtechtheit, die Schweißechtheit und die Waschechtheit hervorzuheben sind.

#### Beispiel 2

Ein Polyamid-6-Gewebe (Perlon) wird mit einer Klotzflotte, die pro Liter wäßrige Lösung 30 g des in

4

Beispiel 1 angegebenen Farbstoffs, 45 g Polyäthylenglykoläther mit einem mittleren Molgewicht von 400, 45 g Äthylenglykol und 1 g 60%ige Essigsäure enthält, bei einer Badtemperatur von 50°C auf einem Färbefouland geklotzt und auf 75% Flottenaufnahme abgequetscht. Danach wird das Polyamidmaterial (bis auf eine Restfeuchte von 8 bis 10%) zwischengetrocknet und dann auf dem Spannrahmen 60 Sekunden bei 190°C durch Heißluft thermofixiert. Anschließend wird wie üblich gewaschen und gespült. Die entstandene, grünstichig gelbe Färbung zeichnet sich durch hohe Brillanz und gute Gebrauchseigenschaften aus.

#### Beispiel 3

Ein Polyamid-6,6-Gewebe wird gemäß Beispiel 2 mit der Farbstofflösung behandelt und nach dem Klotzen 2 Minuten bei 120°C gedämpft. Anschließend wird wie üblich gewaschen und getrocknet.

Es wird eine hochbrillante, grünstichig gelbe Färbung mit sehr guten Gebrauchseigenschaften erhalten.

#### Beispiel 4

25 Teile des in Beispiel 1 angegebenen Farbstoffs werden mit 30 Teilen Dibutylglykol angeteigt. Dann werden unter Rühren 250 Teile kochendes Wasser, 500 Teile einer Verdickung auf Basis von Kristallgummi, 30 Teile einer 33%igen, wäßrigen Lösung von Nitrobenzol-3-sulfonsäure, 20 Teile Ammonsulfat, 50 Teile Harnstoff und 95 Teile Wasser zugegeben. Nach dem Aufdrucken auf Polyamid-6,6-Wirkware wird getrocknet und 20 Minuten bei 100°C gedämpft.

Die fixierten Drucke werden kalt gespült und wie üblich gewaschen. Man erhält hochbrillante, grünstichig gelbe Drucke mit sehr guten Gebrauchseigenschaften.

#### Beispiel 5

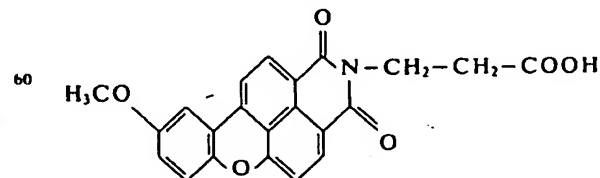
Das gemäß Beispiel 4 mit der Farbstoffpaste bedruckte Polyamid-6,6-Gewebe wird nach dem Aufdrucken getrocknet und dann zur Fixierung des Farbstoffs 60 Sekunden bei 210–215°C mit Heißluft behandelt. Anschließend wird wie üblich gewaschen und getrocknet.

Man erhält hochbrillante, grünstichig gelbe Drucke mit guten Gebrauchseigenschaften.

Der im Beispiel 1 angegebene Farbstoff liefert in Mischungen mit geeigneten Blauarken sowohl aus der Flotte als auch im Druck auf synthetischem Polyamid hochbrillante Grüntöne mit sehr guten Licht- und Naßeigenschaften.

#### Beispiel 6

In einem aus 4000 Teilen Wasser, 2 Teilen Egalisierungsmittel auf Basis von polyoxäthyliertem Stearylamin, 2 Teilen Egalisierungsmittel auf Basis eines tertiären Kondensationsproduktes von Cyanurchlorid mit Anilin-3-sulfonsäure und 0,5 Teilen Farbstoff der Formel



in Form des Natriumsalzes bestehendes Färbbad bringt man bei 40°C 100 Teile Polyamid-6-Ware ein. Man erhitzt die Färbeflotte im Verlaufe von 60 Minuten

# BEST AVAILABLE COPY

24 46 989

5

uf Siedetemperatur und hält diese Temperatur während 1 Stunde. Anschließend gibt man 2 Teile isessig zu und erhitzt noch 30 Minuten bei Siedetemperatur. Sodann wird zunächst heiß, danach kalt gespült und getrocknet. Man erhält brillante, grünstichig gelbe Färbungen mit guten Gebrauchsechtheiten.

## Beispiele 7 bis 11

In analoger Weise, wie in den vorgenannten Beispielen beschrieben, lassen sich Polyamidfasermaterialien mit den in der nachstehenden Tabelle beschriebenen, der allgemeinen Formel (1) entsprechenden Farbstoffen färben. Mit ihnen werden ebenfalls

6

farbstarke, hochbrillante Färbungen und Druck von grünstichig gelber Nuance mit guten Licht- und Naßechtheiten erhalten.

Beispiel	Formelglied p	Formelglied W
7	2	-S-SO <sub>3</sub> H
8	3	-O-SO <sub>3</sub> H
9	2	-PO(OH) <sub>2</sub>
10	2	-PO(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )OH
11	3	-O-PO(OH) <sub>2</sub>